

Europäisches  
PatentamtEuropean  
Patent OfficeOffice européen  
des brevets

Rec'd PCT/PTO 22 MAR 2005

10/528760

REC'D 13 NOV 2003

WiFO

PCT

Bescheinigung

Certificate

Attestation

Die angehefteten Unterla-  
gen stimmen mit der  
ursprünglich eingereichten  
Fassung der auf dem näch-  
sten Blatt bezeichneten  
europäischen Patentanmel-  
dung überein.

The attached documents  
are exact copies of the  
European patent application  
described on the following  
page, as originally filed.

Les documents fixés à  
cette attestation sont  
conformes à la version  
initialement déposée de  
la demande de brevet  
européen spécifiée à la  
page suivante.

Patentanmeldung Nr. Patent application No. Demande de brevet n°

02079173.7

DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED  
BUT NOT IN COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)  
PRIORITY

Der Präsident des Europäischen Patentamts;  
Im Auftrag

For the President of the European Patent Office

Le Président de l'Office européen des brevets  
p.o.

R C van Dijk

DEN HAAG, DEN  
THE HAGUE,  
LA HAYE, LE

08/10/03



Europäisches  
Patentamt

European  
Patent Office

Office européen  
des brevets

**Blatt 2 der Bescheinigung**  
**Sheet 2 of the certificate**  
**Page 2 de l'attestation**

Anmeldung Nr.:  
Application no.:  
Demande n°: 02079173.7

Anmeldetag:  
Date of filing:  
Date de dépôt: 04/10/02

Anmelder:  
Applicant(s):  
Demandeur(s):

**DSM NV**  
**Het Overloo 1**  
**6411 TE Heerlen**  
**PAYS-BAS**

Bezeichnung der Erfindung:  
Title of the invention:  
Titre de l'invention:  
Process for preparing a polymer dispersion

In Anspruch genommene Priorität(en) / Priority(ies) claimed / Priorité(s) revendiquée(s)

Staat:  
State:  
Pays:

Tag:  
Date:  
Date:

Aktenzeichen:  
File no.  
Numéro de dépôt:

Internationale Patentklassifikation:  
International Patent classification:  
Classification internationale des brevets:

**C08F8/32**

Am Anmeldetag benannte Vertragsstaaten:  
Contracting states designated at date of filing:  
Etats contractants désignés lors du dépôt:

**AT/BG/BE/CH/CY/CZ/DE/DK/EE/ES/FI/FR/GB/GR/IE/IT/LI/LU/MC/NL/**

Bemerkungen:  
Remarks:  
Remarques:

5            WERKWIJZE VOOR DE BEREIDING VAN EEN POLYMEERDISPERSIE

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een waterige dispersie van een polymeer, welk polymeer is verkregen door een uitgangspolymeer dat monomeer-eenheden maleïminezuuranhydride (MZA) en  
10 vinylaromatische monomeereenheden bevat op te lossen in een waterige oplossing van  $\text{NH}_3$  of een amine en deze oplossing aan een imidiseringsreactie te onderwerpen.

Een dergelijke werkwijze is bekend uit EP-A-1060197. In EP-A-1060197 wordt een werkwijze beschreven, waarin styreen maleïminezuur anhydride copolymeer (SMA) wordt opgelost in ammoniak, waarbij de verhouding tussen ammoniak  
15 en MZA gelijk of groter is dan 2:1. De SMA wordt in dit proces tot maximaal 75 % geïmidiseerd. Volledige imidisering in dit proces leidt tot de vorming van een instabiele dispersie met een zeer brede deeltjesgrootte verdeling.

Een dergelijke, deeltjes bevattende dispersie vindt haar toepassing als coating voor papier, dat hiermee van een topcoat wordt voorzien. Bij het  
20 aanbrengen van de dispersie op papier wordt gebruik gemaakt van een coater. Een nadeel van de bekende dispersie is, dat bij het drogen en het kalanderen de deeltjes samenvloeien, waardoor filmvorming optreedt. Deze filmvorming verhindert een snelle afvoer van een oplos-, of verdeelmiddel als het papier wordt onderworpen aan een drukproces op basis van een opgeloste inkt respectievelijk een inkt op basis van een in  
25 een verdeelmiddel gedispergeerde inkt.

Doel van de vinding is te voorzien in een voor papiercoating geschikte dispersie die bij drogen en kalanderen geen filmvorming vertoont, en waarvan de structuur van de deeltjes bij drogen behouden blijft.

Dit doel wordt bereikt, doordat de reactie wordt uitgevoerd in  
30 aanwezigheid van een alkali-zout van styreenmaleïminezuuranhydride copolymeer met een molmassa van 500 tot 10.000 kg/kmol, bij voorkeur ca. 1000 kg/kmol, een MZA-gehalte van meer dan 30 mol % en temperatuur waarbij, en tijd gedurende welke de reactie wordt uitgevoerd, zodanig gekozen worden dat een volledige imidiseringsgraad wordt bereikt.

35 Hierdoor wordt voorzien in een dispersie, welke bij het coaten geen filmvorming vertoont en waarvan de structuur van de deeltjes behouden blijft.

Voordeel van een dergelijke topcoat is dat ze microporeus is, waardoor oplos-, en verdeelmiddelen van een inkt snel worden afgevoerd.

In de werkwijze volgens de uitvinding wordt het uitgangspolymeer opgelost in water, al dan niet voorzien van een emulgator. Vervolgens wordt hieraan  
5 toegevoegd een waterige oplossing van  $\text{NH}_3$  of een amine, hierna aangeduid als een  $\text{R-NH}_2$  oplossing, waarbij R gekozen wordt uit de reeks H, alkyl met 1-18 C atomen en aryl. Bij voorkeur is R waterstof.

Het uitgangspolymeer wordt tevens in een contact met een alkali-zout van SMA met een molmassa van 500 tot 10.000 kg/kmol, bij voorkeur ca. 1000 g/mol,  
10 een MZA-gehalte van meer dan 30 mol %. Bij voorkeur is het alkalizout een kaliumzout.

Het uitgangspolymeer waarmee de dispersie wordt bereid bevat monomeereenheden MZA en vinylaromatische monomeereenheden. Geschikte vinylaromatische monomeereenheden zijn bijvoorbeeld styreen en alfa-methylstyreen.  
15 Bij voorkeur bevat het uitgangspolymeer monomeereenheden styreen.

Een copolymeer bevattende vinylaromatische monomeereenheden en monomeereenheden MZA kan met behulp van de bekende werkwijzen worden bereid, zoals bijvoorbeeld met behulp van de werkwijze beschreven voor de bereiding van een copolymeer van monomeereenheden MZA en styreen, door Hanson en  
20 Zimmerman, Ind. Eng. Chem., vol. 49, nr 11 (1957) p.1803-1807.

Bij voorkeur bevat het uitgangspolymeer 22-36 mol% monomeereenheden maleïnezuuranhydride en 64-78 mol% monomeereenheden styreen. Hierdoor verloopt de imidisatie relatief snel en kan een dispersie worden vervaardigd van een polymeer met een glasovergangstemperatuur van meer dan  
25 160°C.

De molmassa van het uitgangspolymeer kan tussen ruime grenzen variëren. Bij voorkeur heeft een uitgangspolymeer een massagemiddelde molecuulmassa tussen de 10.000 en 300.000 kg/kmol. Met meer voorkeur ligt de massagemiddelde molmassa tussen 60.000 en 150.000 kg/kmol. Hierdoor wordt een  
30 relatief hoog vastestofgehalte bereikt.

In de werkwijze volgens de uitvinding kan het uitgangspolymeer samen met een waterige oplossing van  $\text{NH}_3$  of een amine en het alkali-zout van styreen maleïminezuur anhydride copolymeer in een autoclaaf worden gebracht, waarbij de temperatuur tenminste 120°C bedraagt, de molaire verhouding van

monomeereenheden MZA en  $\text{NH}_3$ , of MZA en amine, in het algemeen ligt tussen de 1:1 en 1:5 en waarbij de druk zo hoog is dat de waterige oplossing niet gaat koken. De tijd die nodig is om de MZA-monomeereenheden in het uitgangspolymeer nagenoeg volledig te imidiseren is afhankelijk van de gekozen temperatuur, druk, de reactor, de uitgangshoeveelheden en dergelijke, en kan eenvoudig experimenteel worden bepaald. De imidiseringsreactie kan worden gestopt of althans sterk vertraagd worden door de temperatuur te verlagen tot beneden  $95^\circ\text{C}$ .

In een voorkeursuitvoeringsvorm van de werkwijze ligt de temperatuur tussen de  $150$  en  $160^\circ\text{C}$  omdat bij deze temperatuur een qua eigenschappen en samenstelling zeer goed gedefinieerde dispersie met een hoge reproduceerbaarheid verkregen kan worden. De molaire verhouding van monomeereenheden MZA en  $\text{NH}_3$  of MZA en amine, is bij voorkeur ongeveer 1:1, omdat bij een grotere verhouding de verkregen dispersie een onaangename geur en een verhoogde pH heeft. De molaire verhouding  $\text{NH}_3$  : MZA of amine: MZA is ten minste 1. Bij een lagere verhouding vindt geen volledige imidisering plaats. Bij voorkeur wordt ammoniak of een alifatisch amine gebruikt, welk alifatisch amine een primair amine is. Voorbeelden van geschikte amines zijn butylamine en stearylamine.

Een voordeel van de werkwijze volgens de uitvinding is, dat hiermee een dispersie kan worden gemaakt met een vastestofgehalte van meer dan 30 gew.% en zelfs van meer dan 40 gew.%.

Een verder voordeel van de uitvinding is, dat hiermee een dispersie kan worden gemaakt, waarvan de deeltjesgrootte kleiner is dan de golflengte van zichtbaar licht. In het algemeen ligt de gemiddelde deeltjesgrootte tussen 20 en  $400\ \mu\text{m}$ .

De uitvinding heeft tevens betrekking op een waterige dispersie van een polymeer, dat monomeer-eenheden maleïnezuuranhydride (MZA) en vinylaromatische monomeereenheden bevat met het kenmerk dat het MZA nagenoeg volledig geïmidiseerd is en de dispersie een vastestofgehalte van meer dan 30 gew.% en bij voorkeur meer dan 40 gew.% bevat. Een dergelijke dispersie heeft het voordeel dat ze, nadat ze op papier is aangebracht snel droogt en geen splitting vertoont. Tijdens het aanbrengen in filmpers toepassingen treedt geen of relatief weinig misting op.

Bij voorkeur bevat de waterige dispersie een polymeer waarvan de vinylaromatische monomeereenheden styreen zijn en waarvan de glasovergangstemperatuur meer dan 160°C bedraagt.

5 Een verder voordeel van de dispersie volgens de uitvinding is, dat deze een relatief smalle deeltjesgrootteverdeling heeft.

De uitvinding heeft eveneens betrekking op samenstellingen voor papiersizing, filmpers of papiercoating die de dispersie volgens de uitvinding bevatten.

10 Samenstellingen voor papiersizing bevatten naast een dispersie, verkrijgbaar met behulp van de werkwijze volgens de uitvinding één of meer van de gebruikelijke toeslagstoffen. Bij voorkeur wordt de samenstelling volgens de uitvinding gekenmerkt doordat de samenstelling als toeslagstoffen kan bevatten zoals zetmeel, polyvinylalcohol hyperbranched polyester amides (Topbrane<sup>®</sup>), latexen of andere bindmiddelen. Deze dienen ertoe te verhinderen dat een coating bereid met de dispersie volgens de uitvinding scheuren vertoont.

15 De hoeveelheid dispersie die de samenstelling bevat, is bij voorkeur zodanig dat de hoeveelheid polymeer, dat wil zeggen het drooggewicht aan polymeerdeeltjes in de dispersie tussen de 0,1 en 100 gew.% ligt, betrokken op het totale drooggewicht. Bij nadere voorkeur bevat een samenstelling voor papiersizing tussen de 90 en 95 gew.% drooggewicht aan polymeer-deeltjes, betrokken op het  
20 totale drooggewicht. Een samenstelling kan bijvoorbeeld worden bereid door aan een oplossing van de overige toeslagstoffen in water, een bepaalde hoeveelheid van de dispersie volgens de uitvinding toe te voegen.

De uitvinding heeft ook betrekking op papier voorzien van een papiersizing, of papiercoating volgens de uitvinding.

25 De uitvinding zal nu worden toegelicht aan de hand van voorbeelden, echter zonder daartoe beperkt te zijn.

#### VOORBEELDEN EN VERGELIJKENDE EXPERIMENTEN

##### 30 Karakteriseringstechnieken

##### PCS-metingen

De gemiddelde hydrodynamische straal van de polymeerdeeltjes werd bepaald met behulp van Photon Correlation Spectroscopie (PCS). Gemeten werd  
35 met een opstelling van ALV-Laser Vertriebsgesellschaft mbH uit Langen, Duitsland

(Coherent Innova 90 ion-argon laser, gebruikt werd de blauwe lijn (488 nm), vermogen 50 mW). Het signaal werd opgevangen met behulp van een photon-multiplier van Thorn-Emi, gemonteerd op een ALV/SP-86#053 lasergoniometer (voedingsspanning photon-multiplier ongeveer 1700 V, meethoek 90°). Het signaal werd verwerkt door een  
5 ALV 5000 Multiple Tau digital correlator uitgerust met de ALV5000/E voor Windows-software. De methode van cumulantenanalyse is gebruikt om de meetdata te verwerken en de Stokes-Einstein-relatie is gebruikt om uit de gemeten diffusiecoëfficiënt een hydrodynamische straal te bepalen.

Voor de PCS-meting werden de monsters verdund in  
10 gedemineraliseerd water dat van te voren was gefiltreerd over een filter met filteropeningen met een doorsnede van 0,2 µm. De monsters die na uitvoering van een werkwijze volgens de uitvoering waren verkregen werden 500 keer verdund (tot een concentratie van ca. 0,04 gew.% vaste stof of lager), en de monsters die waren verkregen na uitvoering van een Vergelijkend Experiment werden 50 keer verdund, tot  
15 ca. 0,4 gew.% vaste stof.

De meetcel werd voor de metingen gespoeld met stofvrij water en vervolgens drie keer met de te meten monsteroplossing. Een aantal monsters, afkomstig van de Vergelijkende Experimenten, was niet stabiel in water. Om deze monsters te stabiliseren werd een buffer met pH  $9 \pm 0,02$  (Titrisol van Merck) of een  
20  $10^{-3}$  M waterige NaOH-oplossing gebruikt.

#### Vastestofgehalte

Het vastestofgehalte (VSG) werd bepaald met behulp van een infrarood droog/weeg-apparaat, type Mettler LP16/PM600. Als er na reactie nog  
25 polymeer aanwezig was, werd dit vóór het bepalen van het gehalte aan vaste stof afgefiltreerd over een papierfilter (MN640m medium retention and filtration speed van Macherey-Nagel uit Duitsland) Indien nodig werd daarvóór gefiltreerd over een metalen zeef met zeefgaten van 250 µm breed. Het gehalte aan vaste stof van de resulterende, voor het oog heldere, filtraten werd vervolgens bepaald op de aan de vakman bekende  
30 wijze.

#### pH-metingen

Met een Knick 752 CI, nr 051489 pH-meter werden pH-waarden gemeten. De pH-meter werd gelijk bij 20°C met bufferoplossingen met een pH van

respectievelijk 4,00(citraat/HCl-buffer), 7,00 en 9,00 van de firma Merck, en was voorzien van een glaselektrode (3M KCl). De pH van de monsters werd bepaald bij 20°C. Monsters van Vergelijkende Experimenten werden, indien het gehalte aan vaste stof hoger was en daarmee de viscositeit ook, verdund tot een gehalte aan vaste stof van ongeveer 10 gew.%. Dispersies werden niet verdund.

#### Bepaling van de imidiseringsgraad

De imidiseringsgraad van de waterige dispersies kan bijvoorbeeld worden gemeten met behulp van Raman-FTIR-spectroscopie door de intensiteit van absorpties te relateren aan de intensiteit van dezelfde absorpties gemeten voor een volledig geïmidiseerde en een volledig ongeïmidiseerde referentieverbinding. De signalen werden voordat er berekeningen werden uitgevoerd genormaliseerd op de absorptiesignalen afkomstig van de aromaatringen in de polymeerketens. Bij de uitgevoerde metingen werd naar de volgende absorptiebanden gekeken:

- C=O band van imides (rond 1768 cm<sup>-1</sup>, relatief sterk signaal)
- C=O band van anhydrides (rond 1860 cm<sup>-1</sup>)
- C=O band van zuurgroepen (rond 1715 cm<sup>-1</sup>, relatief zwak signaal). Als referentiemonsters werden gebruikt een waterige ammoniakoplossing van een polymeer vervaardigd uit 26 mol% maleïnezuuranhydride en 74 mol% styreen, gemaakt met een NH<sub>3</sub>:MZA-molverhouding van 3:1, bij 50°C (geen imidegroepen) en een geïmidiseerd SMA-poeder dat was bereid door 2 g SMA (28 gew.% MZA-; 72 gew.% styreen; molgewicht 110.000 kg/kmol) met 0,50 g ureum te mengen in een dubbelschroefsmid-extruder bij 240°C gedurende 5 minuten, met een toerental van 100 rotaties per minuut.

25

#### Contacthoekmetingen

Contacthoeken werden bepaald met de contacthoekmeter "Digidrop" van GBX, (Roman, Frankrijk). Op het monster wordt 0.5 mg water aangebracht en de contacthoek wordt gemeten op basis van een film van 250 beelden/sec.

30

#### Voorbeeld I

In een dubbelwandige olieoverwarmde reactor van 1 liter waarin geplaatst een turbine roerder, werd 140 gram gemalen SMA opgelost in water. De SMA heeft een MZA gehalte van 26 % en een molmassa van 80 000 kg/kmol. Hieraan

35



wordt een 25 % oplossing van  $\text{NH}_3$  toegevoegd in een MZA: $\text{NH}_3$  ratio van 1:1. Verder wordt een kalium-zout van een SMA met een molmassa van 1000 kg/kmol met een MZA gehalte van 48 % toegevoegd. De verhouding K-zout:SMA = 0,03 : 1. De reactor werd vervolgens tot 700 ml afgevuld met water en met stikstof op een druk van 0,2 Mpa

5 gebracht. De temperatuur werd op 160°C gebracht en het toerental van de roerder op 800 rpm. De druk in de reactor is ca 0,8 MPa. Na 6 uur is een polymeerdispersie met een vastestofgehalte van ca 20 gew.% gevormd met deeltjes tussen 80 en 120 nm; de MZA in deze deeltjes is volledig geïmidiseerd; De  $T_g$  van het polymeer ligt tussen 190 en 200°C. De pH van de dispersie is 6,8.

10

### Voorbeeld II

In een dubbelwandige olie verwarmde reactor van 1 liter waarin geplaatst een turbine roerder, wordt 245 gram gemalen SMA opgelost in water, waaraan 0,2 gram Surfinol van Air Products werd toegevoegd. De SMA heeft een MZA

15 gehalte van 26 % en een molmassa van 80 000 kg/kmol. Hieraan wordt een 25 % oplossing van  $\text{NH}_3$  toegevoegd in een MZA: $\text{NH}_3$  ratio van 1:1. Verder wordt een kalium-zout van een SMA met een molmassa van 1000 kg/kmol met een MZA gehalte van 48 % toegevoegd. De verhouding K-zout:SMA = 0,03 : 1. De reactor werd vervolgens tot 700 ml afgevuld met water. De temperatuur wordt op 160°C gebracht en

20 het toerental van de roerder op 800 rpm. De druk in de reactor is ca 0,6 MPa. Na 6 uur is een polymeerdispersie met een vastestofgehalte van ca 35 gew.% gevormd met deeltjes tussen 80 en 120 nm; de MZA in deze deeltjes is volledig geïmidiseerd. De  $T_g$  van het polymeer ligt tussen 190 en 200°C. De pH van de dispersie is 6,9.

De dispersies uit beide voorbeelden vertonen geen filmvormende

25 eigenschappen, bij het drogen. De contacthoek van de op papier aangebrachte dispersies is in beide gevallen kleiner dan 40°.

### Vergelijkend Experiment A

Een dispersie werd bereid door 3.0 kg van een SMA-polymeer

30 bestaand uit 26 gew.% monomeereenheden MZA en 74 gew.% monomeereenheden styreen (SMA sz26080, met een oplosviscositeit 0.36 dl/g (0.2 g SMA per dl tetrahydrofuraan (THF), 25°C), geleverd door DSM uit Nederland) met een oplossing van  $\text{NH}_3$  in gedemineraliseerd water in een autoclaaf van 10 liter te brengen. De verhouding tussen MZA: $\text{NH}_3$  is 1:2. De autoclaaf was voorzien van een roerder en van

middelen om tijdens de reactie monsters uit de reactor te nemen. De druk in de autoclaaf werd vervolgens met behulp van  $N_2$  opgevoerd tot 0,6 MPa. Er werd geroerd met een snelheid van 210-215 omwentelingen per minuut. De autoclaaf werd verwarmd met een snelheid van  $4^{\circ}C/min$  tot  $140^{\circ}C$ . Daarbij liep de druk op tot 1 MPa.

- 5 Na 25 minuten werd de imidiseringsreactie gestopt door de reactietemperatuur tot  $50^{\circ}C$  te verlagen. De bereikte imidiseringsgraad bleek 65% te zijn. Het vastestofgehalte van de dispersie was 20 gew. %. De deeltjes van de dispersie vormden een film wanneer ze met een kalanders op papier werden aangebracht. De contacthoek bedroeg  $65^{\circ}$ .

10

#### Vergelijkend Experiment B

- SMA met 26 % MZA molgewicht 80.000 g/mol en MZA: KOH ratio van 1: 0,2 en een MZA :  $NH_3$  ratio van 1: 0, 75 werden samengebracht in een autoclaaf van 10 liter. De autoclaaf was voorzien van een roerder en van middelen om tijdens de reactie monsters uit de reactor te nemen. De druk in de autoclaaf werd vervolgens met behulp van  $N_2$  opgevoerd, tot een druk van  $4 \cdot 10^5$  Pa. Er werd geroerd met een snelheid van 300 omwentelingen per minuut. De autoclaaf werd verwarmd tot  $140^{\circ}C$ . Daarbij liep de druk op. Na 21,5 uur werd de reactie gestopt door de reactietemperatuur tot kamertemperatuur te verlagen. De totale massa aan
- 15 uitgangsstoffen in de autoclaaf aan het begin van de reactie was ongeveer 7,5 kg. De totale hoeveelheid uitgangsstoffen die wordt gebruikt is niet of nauwelijks van invloed op het resultaat van een bereiding.

- 20 Verkregen werd een dispersie met een pH van 6,9 en een vastestofgehalte van 21 gew.%. Deeltjesgrootte ca. 100 nm; De dispersie bezit
- 25 filmvormende eigenschappen. De contacthoek bedroeg  $70^{\circ}$ .

- De contacthoeken van de coatings bereid met de dispersies volgens de uitvinding zijn aanmerkelijk lager dan die welke werden bereid met de bekende dispersies. Dit toont aan dat met de dispersies volgens de uitvinding een coating kan worden vervaardigd, die een veel snellere afvoer van water bezit dan een coating
- 30 bereid met een bekende dispersie.

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bereiden van een waterige dispersie van een polymeer, welk polymeer is verkregen door een uitgangspolymeer dat monomeer-eenheden maleïnezuuranhydride (MZA) en vinylaromatische monomeereenheden bevat op te lossen in een waterige oplossing van  $\text{NH}_3$ , of een amine en deze oplossing aan een imidiseringsreactie te onderwerpen, met het kenmerk dat de reactie wordt uitgevoerd in aanwezigheid van een alkali-zout van styreenmaleiminezuuranhydride copolymeer (SMA) met een molmassa van 500 tot 10.000 kg/kmol, bij voorkeur ca. 1000 kg/kmol, een MZA-gehalte van meer dan 30 mol % en temperatuur waarbij, en tijd gedurende welke de reactie wordt uitgevoerd, zodanig gekozen worden dat een volledige imidiseringsgraad wordt bereikt.
2. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij het alkalizout een kaliumzout is.
3. Werkwijze volgens een der conclusie 1 of 2, waarbij de molaire verhouding tussen MZA en het  $\text{NH}_3$  of het amine 1:1 is.
4. Werkwijze volgens een der conclusies 1-3, waarin het uitgangspolymeer 18-50 mol% monomeereenheden maleïnezuuranhydride en 50-82 mol% vinylaromatische monomeereenheden bevat.
5. Werkwijze volgens een der conclusies 1-4, waarbij de vinylaromatische monomeereenheden styreen zijn.
6. Werkwijze volgens een der conclusies 1-5, met het kenmerk dat het uitgangspolymeer 22-36 mol% monomeereenheden maleïnezuuranhydride en 64-78 mol% monomeereenheden styreen bevat.
7. Werkwijze volgens een der conclusie 1-6, waarbij de molmassa van het polymeer tussen 60.000 en 150.000 kg/kmol bedraagt
8. Waterige dispersie van een polymeer, dat monomeer-eenheden maleïnezuuranhydride (MZA) en vinylaromatische monomeereenheden bevat met het kenmerk dat het polymeer nagenoeg volledig geïmidiseerd is en de dispersie een vastestofgehalte van meer dan 30 gew % bevat.
9. Waterige dispersie volgens conclusie 8 waarbij de vinylaromatische monomeereenheden styreen zijn en de  $T_g$  van het polymeer meer dan 190°C bedraagt.

10. Samenstelling voor papersizing, of papiercoating bevattende een waterige dispersie volgens een der conclusies 8 of 9, en een of meer gebruikelijke toeslagstoffen.
  11. Gebruik van de samenstelling voor papersizing volgens conclusie 10 voor de bereiding van papier.
- 5

UITTREKSEL

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het bereiden van een waterige dispersie van een polymeer, welk polymeer is verkregen door een  
5 uitgangspolymeer dat monomeer-eenheden maleïnezuuranhydride (MZA) en vinylaromatische monomeereenheden bevat op te lossen in een waterige oplossing van  $\text{NH}_3$  of een amine en deze oplossing aan een imidiseringsreactie te onderwerpen waarbij de reactie wordt uitgevoerd in aanwezigheid van een alkali-zout van styreenmaleiminezuuranhydride copolymeer (SMA) met een molmassa van 500 tot  
10 10.000 kg/kmol, bij voorkeur ca. 1000 kg/kmol, een MZA-gehalte van meer dan 30 mol % en temperatuur en tijd zodanig gekozen worden dat een volledige imidiseringsgraad wordt bereikt.

De uitvinding heeft tevens betrekking op een waterige dispersie van een polymeer, dat monomeer-eenheden maleïnezuuranhydride (MZA) en  
15 vinylaromatische monomeereenheden bevat met het kenmerk dat het polymeer nagenoeg volledig geïmidiseerd is en de dispersie een vastestofgehalte van meer dan 30 gew % bevat.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☒ OTHER: hole punched over texts

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**